

(19)



JAPANESE PATENT OFFICE

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **09021733 A**

(43) Date of publication of application: **21.01.97**

(51) Int. Cl

G01N 1/06

G01N 1/28

G11B 5/84

(21) Application number: **07169765**

(22) Date of filing: **05.07.95**

(71) Applicant: **KAO CORP**

(72) Inventor: **ISHIKAWA JUNKO
KITAORI NORIYUKI
YOSHIDA OSAMU
SASAKI KATSUMI**

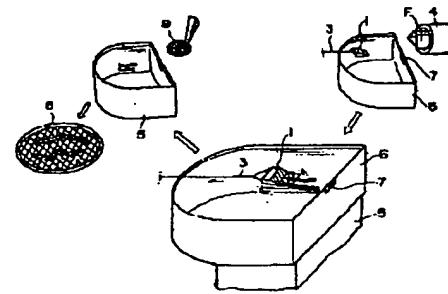
(54) **METHOD AND AUXILIARY TOOL FOR
COLLECTING SAMPLE**

collodion membrane. Thereby, a sample can be collected without causing any deformation or damage.

(57) **Abstract:**

PROBLEM TO BE SOLVED: To collect a sample easily without causing any deformation or damage by shifting an auxiliary collection tool adhering a continuous sample to it to the center of a knife board, separating the continuous sample from the auxiliary collection tool and collecting the sample with a mesh sheet.

SOLUTION: A diamond knife 5 is set in a microtome, a knife board 6 is filled with water and an auxiliary sample collection tool 1 for transmission electronic microscope(TEM) is floated on the water surface. A cutter 7 is then applied to a magnetic film resin color embedded body F set on a segment arm 4 thus producing a required number of ultrathin pieces (samples for TEM). The sample pieces continue chain-like and are floated on the water surface and then the head piece is stuck to the auxiliary sample collection tool 1 and shifted slowly to the center of boat 6. Subsequently, the continuous part of continuous sample pieces and the auxiliary sample collection tool 1 is submerged to separate the chained sample pieces from the inclining surface of auxiliary sample collection tool 1 thus collecting the sample on a mesh sheet 8 provided with a



(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平9-21733

(43) 公開日 平成9年(1997)1月21日

(51) Int.Cl. ⁶	識別記号	序内整理番号	F I	技術表示箇所
G 01 N 1/06			G 01 N 1/06	F
1/28		7303-5D	G 11 B 5/84	C
G 11 B 5/84			G 01 N 1/28	F

審査請求 未請求 請求項の数4 O L (全 6 頁)

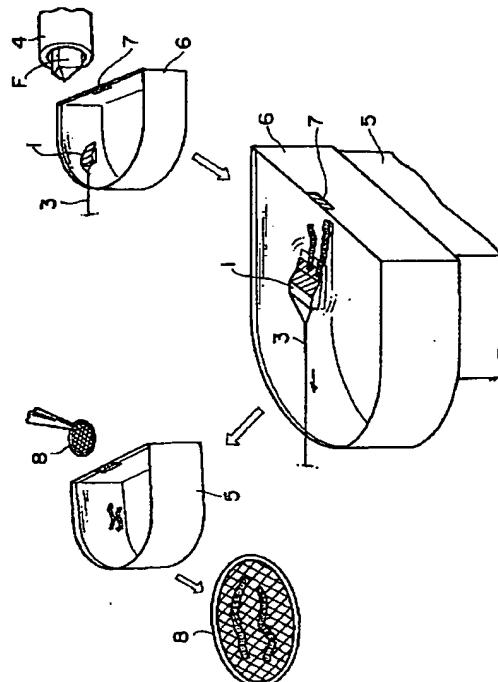
(21) 出願番号	特願平7-169765	(71) 出願人	000000918 花王株式会社 東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番10号
(22) 出願日	平成7年(1995)7月5日	(72) 発明者	石川 淳子 栃木県芳賀郡市貝町大字赤羽2606 花王株式会社情報科学研究所内
		(72) 発明者	北折 典之 栃木県芳賀郡市貝町大字赤羽2606 花王株式会社情報科学研究所内
		(72) 発明者	吉田 修 栃木県芳賀郡市貝町大字赤羽2606 花王株式会社情報科学研究所内
		(74) 代理人	弁理士 宇高 克己
			最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 サンプル回収方法及びサンプル回収補助具

(57) 【要約】

【目的】 サンプルを変形や損傷させることなく、容易に回収することができ、良好なサンプルを効率良く得られる技術を提供することである。

【構成】 磁気フィルムを樹脂によって包埋してなる包埋体から切り出されたサンプルを切削加工装置のナイフポート水面から回収する方法であって、所定片数のサンプルが鎖状につながったサンプル連続体の先頭片を前記ナイフポートの水面に浮かせた回収補助具の表面に付着させる工程と、前記サンプル連続体が前記ナイフポートの中央に来るよう前記サンプル連続体が付着した前記回収補助具を移動させる工程と、前記サンプル連続体が前記ナイフポートの中央に来た後、前記回収補助具から前記サンプル連続体を離脱させる工程と、前記サンプル連続体をメッシュシート上に回収する工程とを具備するサンプル回収方法。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 磁気フィルムを樹脂によって包埋してなる包埋体から切り出されたサンプルを切削加工装置のナイフポート水面から回収する方法であって、所定片数のサンプルが鎖状につながったサンプル連続体の先頭片を前記ナイフポートの水面に浮かせた回収補助具の表面に付着させる工程と、前記サンプル連続体が前記ナイフポートの中央に来るよう前記サンプル連続体が付着した前記回収補助具を移動させる工程と、前記サンプル連続体が前記ナイフポートの中央に来た後、前記回収補助具から前記サンプル連続体を離脱させる工程と、前記サンプル連続体をメッシュシート上に回収する工程とを具備することを特徴とするサンプル回収方法。

【請求項2】 磁気フィルムを樹脂によって包埋してなる包埋体から切り出されたサンプルを切削加工装置のナイフポート水面から回収する方法であって、最初に切り出されたサンプルを前記ナイフポートの水面に浮かせた回収補助具の表面に付着させる工程と、次のサンプルの切り出しと同時に、前記回収補助具を切り出されたサンプル寸法に対応した距離だけ前記ナイフポートの中央側に移動させる工程と、サンプルの切り出し及び移動を所定回数繰り返し行って得られるサンプル連続体が前記ナイフポートの中央に来るよう前記サンプル連続体が付着した前記回収補助具を移動させる工程と、前記サンプル連続体が前記ナイフポートの中央に来た後、前記回収補助具から前記サンプル連続体を離脱させる工程と、前記サンプル連続体をメッシュシート上に回収する工程とを具備することを特徴とするサンプル回収方法。

【請求項3】 磁気フィルムを樹脂によって包埋してなる包埋体から切り出されたサンプルを切削加工装置のナイフポート水面から回収するために用いられる回収補助具であって、切り出されたサンプルを付着させる斜面が上方に形成されてなると共に、前記斜面の一部が水没した状態で前記ナイフポート水面に浮くよう構成されてなることを特徴とするサンプル回収補助具。

【請求項4】 斜面にはコロジオン膜が設けられてなることを特徴とする請求項3に記載のサンプル回収補助具。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、透過型電子顕微鏡(TEM)による品質検査に用いられるサンプルの作製技術、特に切削加工装置のナイフポート水面に切り出されたサンプルの回収技術に関するものである。

【0002】

【発明が解決しようとする課題】磁気記録媒体の品質検査の一つとして、切断面の観察がある。この検査に際しては、カットされた磁気記録媒体(例えば磁気フィルム)を樹脂で包埋してなる包埋体が作製される。そして、この包埋体から厚さが数十nm程度の超薄切片(TEM用サンプル)が切り出され、その切断面がTEMによって観察される。

【0003】ここで、TEM用サンプルの作製に係る一連の工程について、その概要を図3を用いて説明する。先ず、エポキシ樹脂を主成分とする包埋剤を型に半量流し込んで硬化させ、その上にクサビ状にカットされた磁気フィルム10を載置する。更に、包埋剤の残り半量を型に流し込んで硬化させ、包埋体Fを得る。

【0004】次に、包埋体Fにおいて磁気フィルム10の尖端側を手作業で粗削りし、四角錐台状に加工する。更に、包埋体Fを切削加工装置(ミクロトーム)のセグメントアーム11にセットし、ガラスナイフ12を用いて先端部を切削し、0.5mm角程度とする。続いて、ミクロトームにダイヤモンドナイフを設置し、このダイヤモンドナイフのナイフポート13内に水を張る。そして、セグメントアーム11を操作して包埋体Fの先端を刃14に当て、厚さが50~70nmのTEM用サンプルを切り出す。

【0005】このようにして必要片数を切り出した後、鎖状につながって水面に浮遊している2~3連のTEM用サンプル連続体を、竹軸の先端に睫毛を接着して構成された回収補助具15を用いてナイフポート13の中央に集める。すなわち、回収補助具15を動かしてナイフポート13の中央に向かう水流を発生させ、この水流の作用でTEM用サンプル連続体を集合させる。

【0006】そして、TEM用サンプル連続体をコロジオン膜が設けられた銅製のメッシュシート16(格子寸法170μm)上にすくい取る。このすくい取られたTEM用サンプルには所定の処理が施され、TEMによる観察に使用される。ところで、こうした工程を経て行われるTEM用サンプルの作製作業では、TEM用サンプルを回収する際に次のような問題があった。

【0007】すなわち、回収補助具15で水流を起こし、あるTEM用サンプル連続体をナイフポート13の中央まで誘導すると、その水流の副作用で、先にナイフポート13の中央に誘導しておいた他のTEM用サンプル連続体が押しやられ、ナイフポート13の中央から離れてしまう。このため、全てのTEM用サンプル連続体を一か所に集めることが難しい。

【0008】又、回収作業中、回収補助具15を誤って浮遊するTEM用サンプルに接触させてしまうことが多い。TEM用サンプルは、厚さが数十nmと極めて薄く脆弱なものであるため、回収補助具15との接触によって容易に変形や破損を起こしてしまう。従って、回収されたTEM用サンプルの中で、実際にTEMによる

品質検査に使用出来るものの数は少なく、効率が悪い。

【0009】

【課題を解決するための手段】本発明の目的は、サンプルを変形や損傷させることなく、容易に回収することができ、良好なサンプルを効率良く得られる技術を提供することである。この本発明の目的は、磁気フィルムを樹脂によって包埋してなる包埋体から切り出されたサンプルを切削加工装置のナイフポート水面から回収する方法であって、所定片数のサンプルが鎖状につながったサンプル連続体の先頭片を前記ナイフポートの水面に浮かせた回収補助具の表面に付着させる工程と、前記サンプル連続体が前記ナイフポートの中央に来るよう前記サンプル連続体が付着した前記回収補助具を移動させる工程と、前記サンプル連続体が前記ナイフポートの中央に来た後、前記回収補助具から前記サンプル連続体を離脱させる工程と、前記サンプル連続体をメッシュシート上に回収する工程とを具備することを特徴とするサンプル回収方法によって達成される。

【0010】又、磁気フィルムを樹脂によって包埋してなる包埋体から切り出されたサンプルを切削加工装置のナイフポート水面から回収する方法であって、初めに切り出されたサンプルを前記ナイフポートの水面に浮かせた回収補助具の表面に付着させる工程と、次のサンプルの切り出しと同時に、前記回収補助具を切り出されたサンプル寸法に対応した距離だけ前記ナイフポートの中央側に移動させる工程と、サンプルの切り出し及び移動を所定回数繰り返し行って得られるサンプル連続体が前記ナイフポートの中央に来るよう前記サンプル連続体が付着した前記回収補助具を移動させる工程と、前記サンプル連続体が前記ナイフポートの中央に来た後、前記回収補助具から前記サンプル連続体を離脱させる工程と、前記サンプル連続体をメッシュシート上に回収する工程とを具備することを特徴とするサンプル回収方法によって達成される。

【0011】又、磁気フィルムを樹脂によって包埋してなる包埋体から切り出されたサンプルを切削加工装置のナイフポート水面から回収するために用いられる回収補助具であって、切り出されたサンプルを付着させる斜面が上方に形成されてなると共に、前記斜面の一部が水没した状態で前記ナイフポート水面に浮くよう構成されることを特徴とするサンプル回収補助具によって達成される。

【0012】すなわち、本発明では切り出されたサンプルの回収にナイフポート水面に浮かせた回収補助具を用い、この回収補助具の表面にサンプル連続体の先頭片を付着させて、ナイフポートの中央まで移動させるようにしている。従って、数連のサンプル連続体がナイフポートの水面上にある場合には、これら全てのサンプル連続体を回収補助具の表面に付着させ、一度にナイフポートの中央まで移動させれば良く、これによって容易に全て

のサンプル連続体を集めることが可能となる。又、移動させる間にサンプルに変形や損傷を与えることもないでの、TEMによる品質検査に使用出来る良好なサンプルが効率良く得られる。

【0013】尚、上記サンプル回収補助具の斜面には、コロジオン膜が設けられてなることが好ましい。これによってサンプルの付着状態が一層確実なものとなり、移動中の脱落が起き難い。

【0014】

【発明の実施の形態】図1及び図2は本発明の一実施形態を示すもので、図1はTEM用サンプル回収補助具の斜視図、図2はTEM用サンプル回収補助具を用いた回収作業の工程図である。各図中、1は水よりも比重の小さなプラスチックから構成されたTEM用サンプル回収補助具の本体部（以下、回収補助具本体部）であり、その一端側上方には緩い勾配（5～30°）の斜面2aと急な勾配（20～70°）の斜面2bとが形成されている。そして、斜面2a、2bは、コロジオン溶液に浸漬、乾燥させられ、コロジオン膜（図中、斜線で示す）が設けられている。

【0015】回収補助具本体部1は、上述したように比重が1よりも小さなプラスチックを用いて構成されており、水面に浮かべた際に斜面2a部分で水面と交わる。3は回収補助具本体部1を操作するためのワイヤであり、図示していない側の末端が手動もしくは適宜な駆動手段によって操られ、これによって回収補助具本体部1がナイフポート水面を移動する。

【0016】以下、上記TEM用サンプル回収補助具を用いたTEM用サンプルの回収方法について、図2を用いて説明する。先ず、従来同様に包埋体Fを作製し、これをミクロトームのセグメントアーム4にセットして先端側を切削する。そして、ミクロトームにダイヤモンドナイフ5を設置し、ナイフポート6内に水を張る。

【0017】この時点で、TEM用サンプル回収補助具をナイフポート6の水面に浮かべ、超薄切片（TEM用サンプル）切り出しの邪魔にならないような位置に待機させる。続いて、セグメントアーム4にセットされた包埋体Fを刃7に当ててTEM用サンプルを切り出す。

【0018】必要片数のTEM用サンプルを切り出した後、TEM用サンプル回収補助具を用いて、鎖状につながって水面に浮遊しているTEM用サンプル連続体の回収が行われる。すなわち、TEM用サンプル回収補助具をTEM用サンプル連続体の浮遊位置まで前進させ、そしてコロジオン膜が設けられた斜面2aをTEM用サンプル連続体の先頭片下面と慎重に接触させる。これによってTEM用サンプル連続体はTEM用サンプル回収補助具に付着し、この回収補助具に引かれての移動が可能となる。

【0019】特に、2～3連のTEM用サンプル連続体がナイフポート6の水面にある場合には、全てのTEM

用サンプル連続体の先頭片が回収補助具本体部1の幅に納まるように適宜位置調整しておき、1連だけの場合と同様、斜面2aを全てのTEM用サンプル片に接触、付着させる。こうしてTEM用サンプル回収補助具に付着したTEM用サンプル連続体は、途中から千切れないような速度で、ゆっくりとナイフポート6の中央まで曳かれる。

【0020】TEM用サンプル連続体がナイフポート6の中央に到達したならば、その先頭片と回収補助具本体部1との接触部分を一度水没させる。これによってTEM用サンプル連続体の付着状態が解かれ、回収補助具本体部1の斜面2aから剥離し、TEM用サンプル連続体は回収補助具から離脱する。そして、水面中央に残されたTEM用サンプル連続体をコロジオン膜が設けられた銅製のメッシュシート8でくい取り。このくい取られたTEM用サンプルは、所定の処理が施された後、TEMによる観察に使用される。

【0021】上述した回収方法、すなわちTEM用サンプルの切り出し完了後に回収補助具を用いて集める方法（第1実施形態）は、特にTEM用サンプル連続体が水面に幾つも存在する場合に有効であるが、取り扱うTEM用サンプル連続体が1連だけである場合には、TEM用サンプルの切り出しと移動を交互に繰り返しながら回収することも出来る。以下、第2実施形態として、この方法について簡単に説明する。

【0022】先ず、第1実施形態と同様にして包埋体をミクロトームにセットすると共に、ダイヤモンドナイフを設置して、ナイフポート内に水を張る。そして、初め

回収出来的切片数	
第1実施形態	24個
第2実施形態	21個
比較例	15個

不良切片数	
第1実施形態	2個
第2実施形態	5個
比較例	7個

この結果から、本発明のTEM用サンプル回収補助具を用いた方法では、回収可能な切片の割合が高く、又、その際に変形や損傷を受けたものは僅かであって、従来方法に比べてTEMによる品質検査に好適なTEM用サンプルが効率良く得られていることが判る。

【0027】

【発明の効果】本発明によれば、サンプルを変形や損傷させることなく、容易に回収することができ、良好なサンプルを効率良く得られる。

【図面の簡単な説明】

【図1】TEM用サンプル回収補助具の斜視図である。

【図2】TEM用サンプル回収補助具を用いた回収作業

に切り出されたTEM用サンプルをナイフポートの水面に浮かせた回収補助具の表面に付着させる。次のTEM用サンプルの切り出しと同時に、回収補助具を切り出されたTEM用サンプル1片分の大きさだけ、ナイフポートの中央側に移動させる。

【0023】こうしたTEM用サンプルの切り出し及び移動を所定回数繰り返して得られたTEM用サンプル連続体は、千切れずにナイフポートの中央に来るよう、ゆっくりとナイフポートの中央まで曳かれる。この後は第1実施形態と同様に、TEM用サンプル連続体を回収補助具から離脱させ、そしてコロジオン膜が設けられた銅製のメッシュシートでくい取り、TEMによる観察に使用する。

【0024】

【実施例】本発明の有効性を確かめるため、上記第1実施形態及び第2実施形態の方法で実際にTEM用サンプルの回収試験を行った。又、比較のために、従来技術（竹軸に睫毛を接着してなる回収補助具を用いた方法）によってTEM用サンプルの回収試験を行った。

【0025】尚、試験では、3つのナイフポートを準備し、それぞれのナイフポートに30片ずつTEM用サンプルを切り出した。そして、第1実施形態、第2実施形態及び従来技術によって、TEM用サンプルをメッシュシート上に回収し、実際に回収出来的切片数を調べた。その結果を表1に示す。又、TEMを用いて、回収されたものの中で変形や破損のある不良切片の数を調べた。その結果を表2に示す。

【0026】

表1

切り出された切片全体に占める割合	
80%	
70%	
50%	

表2

回収出来的切片全体に占める割合	
8%	
24%	
47%	

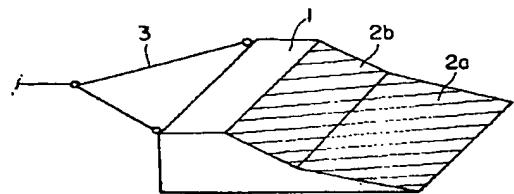
の工程図である。

【図3】TEM用サンプル作製作業の工程図である。

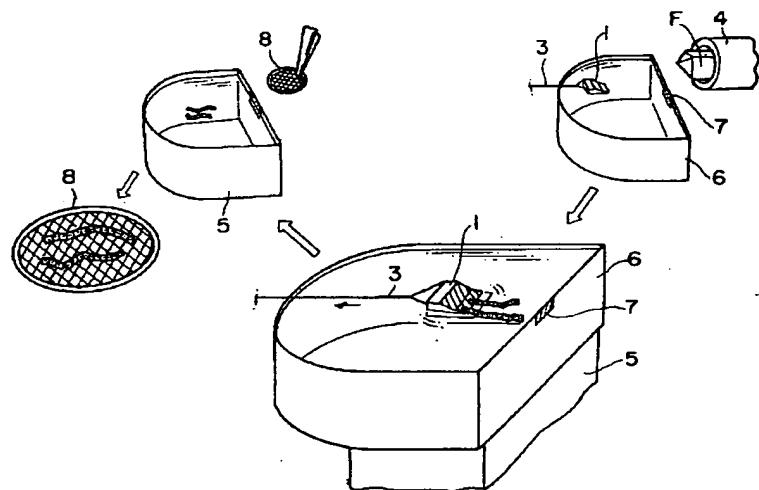
【符号の説明】

- 1 回収補助具本体部
- 2a 勾配の緩い斜面
- 2b 勾配の急な斜面
- 3 ワイヤ
- 4 セグメントアーム
- 5 ダイヤモンドナイフ
- 6 ナイフポート
- 7 刃
- 8 メッシュシート

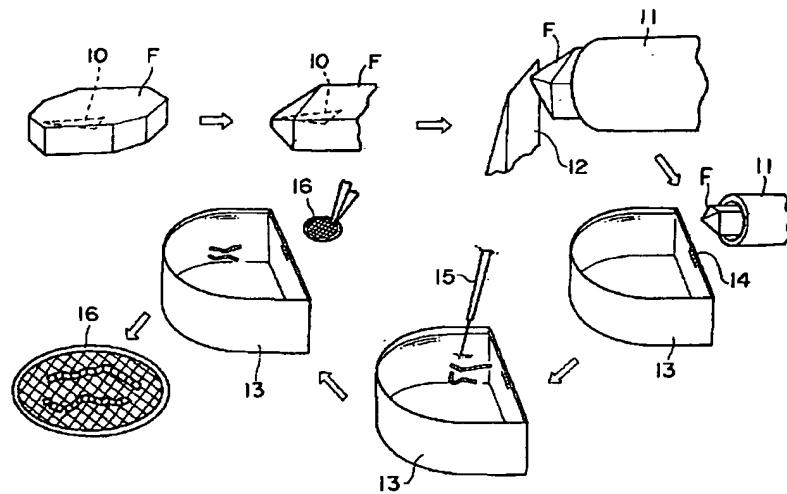
【図1】



【図2】



【図3】



フロントページの続き

(72)発明者 佐々木 克己
栃木県芳賀郡市貝町大字赤羽2606 花王株
式会社情報科学研究所内